

(19)



**JAPANESE PATENT OFFICE**

**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11) Publication number: **2002217111 A**

(43) Date of publication of application: **02.08.2002**

(51) Int. Cl. **H01L 21/205**

**B01J 19/08, C23C 16/503, C23C 16/509, H05H 1/46**

(21) Application number: **2001005948**

(22) Date of filing: **15.01.2001**

(71) Applicant: **SHARP CORP**

(72) Inventor: **SAKAI OSAMU**  
**OKAMOTO MASAYA**

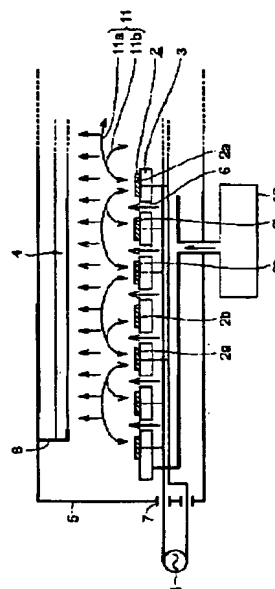
**(54) PLASMA FILM FORMING APPARATUS AND FILM FORMING METHOD USING THE SAME**

**(57) Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a plasma film forming apparatus that forms a film having high uniformity on a film formation substrate having a relatively large area.

**SOLUTION:** Electrode substrates 3 for locating electrodes 2 are arranged in a vacuum chamber 5. A plurality of the electrodes 2 are located on a electrode substrate 3 in a strip form. A film formation substrate 4 is held at a place facing to the electrodes 2 by holders 8. A gas supply unit 13 is arranged to supply a material gas. Three electrodes 2b (anode electrodes) at grounding potential are located between electrodes 2a (cathode electrodes), where a voltage is supplied by a power source unit 1.

**COPYRIGHT:** (C)2002,JPO



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-217111

(P2001-217111A)

(43)公開日 平成13年8月10日(2001.8.10)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード <sup>*</sup> (参考)
H 0 1 F 1/06		C 2 2 C 38/00	3 0 3 A 5 E 0 4 0
C 2 2 C 38/00	3 0 3	H 0 1 F 1/08	A
H 0 1 F 1/053		1/06	A
1/08		1/04	H

審査請求 未請求 請求項の数18 O L (全 13 頁)

(21)出願番号 特願2000-25729(P2000-25729)

(22)出願日 平成12年2月2日(2000.2.2)

(71)出願人 000002369

セイコーエプソン株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

(72)発明者 新井 聖

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

(72)発明者 加藤 洋

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

(74)代理人 100093388

弁理士 鈴木 喜三郎 (外2名)

Fターム(参考) 5E040 AA04 AA19 BB03 CA01 HB11

HB17 NN01 NN06 NN12 NN13

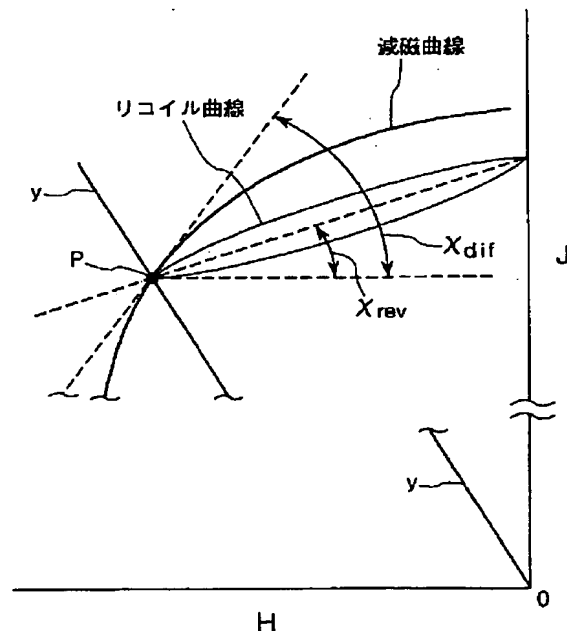
NN15

(54)【発明の名称】 磁石粉末および等方性ボンド磁石

(57)【要約】

【課題】 磁気特性が優れ、信頼性の高い磁石、特に熱的安定性に優れた磁石を提供すること。

【解決手段】 本発明の磁石粉末は、 $R_x(Fe_{1-x}Co_y)_{100-x-y}B_zCr_w$  (ただし、Rは、少なくとも1種の希土類元素、 $x:7.1\sim9.9$ 原子%、 $y:0\sim0.30$ 、 $z:4.6\sim8.0$ 原子%、 $w:0.2\sim3.5$ 原子%)で表される合金組成からなり、ソフト磁性相とハード磁性相とを有する複合組織で構成される磁石粉末であって、結合樹脂と混合し成形して等方性ボンド磁石としたとき、室温での磁気特性を表すJ-H図での減磁曲線において、前記J-H図中の原点を通り、かつ傾き( $J/H$ )が $-3.8\times 10^{-6}$ ヘンリー/mである直線yとの交点Pを出発点として測定した場合の不可逆帯磁率( $\chi_{irr}=\chi_{dif}-\chi_{rev}$ )が $5.0\times 10^{-7}$ ヘンリー/m以下であり、さらに、室温での固有保磁力 $H_c$ が $320\sim720$  kA/mである。



【特許請求の範囲】

【請求項1】  $R_x(Fe_{1-x}Co_x)_{100-x}B_zCr_w$

(ただし、Rは、少なくとも1種の希土類元素、x: 7.1~9.9原子%、y: 0~0.30、z: 4.6~8.0原子%、w: 0.2~3.5原子%)で表される合金組成からなり、ソフト磁性相とハード磁性相とを有する複合組織で構成される磁石粉末であって、結合樹脂と混合し成形して等方性ボンド磁石としたとき、室温での磁気特性を表すJ-H図での減磁曲線において、前記J-H図中の原点を通り、かつ傾き(J/H)が $-3.8 \times 10^{-6}$ ヘンリー/mである直線との交点を出発点として測定した場合の不可逆帯磁率( $\chi_{irr}$ )が $5.0 \times 10^{-7}$ ヘンリー/m以下であり、さらに、室温での固有保磁力 $H_c$ が320~720 kA/mであることを特徴とする磁石粉末。

【請求項2】 結合樹脂と混合し成形して密度 $\rho$  [Mg/m<sup>3</sup>]の等方性ボンド磁石としたとき、室温での残留磁束密度 $B_r$  [T]が、 $B_r/\rho [\times 10^{-6} T \cdot m^3/g] \geq 0.125$ の関係を満足する請求項1に記載の磁石粉末。

【請求項3】 磁石粉末は、結合樹脂と混合し成形して等方性ボンド磁石としたとき、不可逆減磁率(初期減磁率)の絶対値が6.2%以下である請求項1または2に記載の磁石粉末。

【請求項4】 前記Rは、Ndおよび/またはPrを主とする希土類元素である請求項1ないし3のいずれかに記載の磁石粉末。

【請求項5】 前記Rは、Prを含み、その割合が前記R全体に対し5~75%である請求項1ないし4のいずれかに記載の磁石粉末。

【請求項6】 前記Rは、Dyを含み、その割合が前記R全体に対し14%以下である請求項1ないし5のいずれかに記載の磁石粉末。

【請求項7】 磁石粉末は、溶湯合金を急冷することにより得られたものである請求項1ないし6のいずれかに記載の磁石粉末。

【請求項8】 磁石粉末は、冷却ロールを用いて製造された急冷薄帯を粉砕して得られたものである請求項1ないし7のいずれかに記載の磁石粉末。

【請求項9】 磁石粉末は、その製造過程で、または製造後少なくとも1回熱処理が施されたものである請求項1ないし8のいずれかに記載の磁石粉末。

【請求項10】 平均粒径が0.5~150  $\mu m$ である請求項1ないし9のいずれかに記載の磁石粉末。

【請求項11】 請求項1ないし10のいずれかに記載の磁石粉末を結合樹脂で結合してなることを特徴とする等方性ボンド磁石。

【請求項12】 Crを含有する磁石粉末を結合樹脂で結合してなる等方性ボンド磁石であって、室温での磁気特性を表すJ-H図での減磁曲線におい

て、前記J-H図中の原点を通り、かつ傾き(J/H)が $-3.8 \times 10^{-6}$ ヘンリー/mである直線との交点を出発点として測定した場合の不可逆帯磁率( $\chi_{irr}$ )が $5.0 \times 10^{-7}$ ヘンリー/m以下であり、さらに、室温での固有保磁力 $H_c$ が320~720 kA/mであることを特徴とする等方性ボンド磁石。

【請求項13】 等方性ボンド磁石の密度を $\rho$  [Mg/m<sup>3</sup>]としたとき、室温での残留磁束密度 $B_r$  [T]が、 $B_r/\rho \geq 0.125 [\times 10^{-6} T \cdot m^3/g]$ の関係を満足する請求項12に記載の等方性ボンド磁石。

【請求項14】 前記磁石粉末は、R-TM-B-Cr系合金(ただし、Rは、少なくとも1種の希土類元素、TMは、鉄を主とする遷移金属)よりなるものである請求項12または13に記載の等方性ボンド磁石。

【請求項15】 不可逆減磁率(初期減磁率)の絶対値が6.2%以下である請求項12ないし14のいずれかに記載の等方性ボンド磁石。

【請求項16】 前記磁石粉末は、ソフト磁性相とハード磁性相とを有する複合組織で構成されるものである請求項12ないし15のいずれかに記載の等方性ボンド磁石。

【請求項17】 多極着磁に供される、または多極着磁された請求項11ないし16のいずれかに記載の等方性ボンド磁石。

【請求項18】 モータに用いられる請求項11ないし17のいずれかに記載の等方性ボンド磁石。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、磁石粉末および等方性ボンド磁石に関するものである。

【0002】

【従来の技術】モータ等の小型化を図るためには、そのモータに使用される際の(実質的なバーミアンスにおいて)磁石の磁束密度が高いことが望まれる。ボンド磁石における磁束密度を決定する要因は、磁石粉末の磁化の値と、ボンド磁石中における磁石粉末の含有量(含有率)とがある。従って、磁石粉末自体の磁化がそれほど高くない場合には、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量を極端に多くしないと十分な磁束密度が得られない。

【0003】ところで、現在、高性能な希土類ボンド磁石として使用されているものとしては、希土類磁石粉末として、MQI社製のMQP-B粉末を用いた等方性ボンド磁石が大半を占めている。等方性ボンド磁石は、異方性ボンド磁石に比べ次のような利点がある。すなわち、ボンド磁石の製造に際し、磁場配向が不要であるため、製造プロセスが簡単で、その結果製造コストが安価となることである。しかしこのMQP-B粉末に代表される従来の等方性ボンド磁石には、次のような問題点がある。

【0004】1) 従来の等方性ボンド磁石では、磁束

10

20

30

40

50

密度が不十分であった。すなわち用いられる磁石粉末の磁化が低いため、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量(含有率)を高めなければならないが、磁石粉末の含有量を高くすると、ボンド磁石の成形性が悪くなるため、限界がある。また、成形条件の工夫等により磁石粉末の含有量を多くしたとしても、やはり、得られる磁束密度には限界があり、このためモータの小型化を図ることはできない。

【0005】2) ナノコンポジット磁石で残留磁束密度の高い磁石も報告されているが、その場合は逆に保磁力が小さすぎて、実用上モータとして得られる磁束密度(実際に使用される際のパーミアンスでの)は非常に低いものであった。また、保磁力が小さいため、熱的安定性も劣る。

【0006】3) ボンド磁石の耐食性、耐熱性が低くなる。すなわち、磁石粉末の磁気特性の低さを補うために、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量を多くしなければならず(すなわちボンド磁石の密度を極端に高密度化することとなり)、その結果、ボンド磁石は、耐食性、耐熱性が劣り信頼性が低いものとなる。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、磁気特性が優れ、信頼性、特に温度特性に優れた磁石を提供することができる磁石粉末および等方性ボンド磁石を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】このような目的は、下記(1)～(18)の本発明により達成される。

【0009】(1)  $R_x(Fe_{1-x}Co_y)_{100-x-z-w}B_zCr_w$  (ただし、Rは、少なくとも1種の希土類元素、 $x:7.1\sim9.9$ 原子%、 $y:0\sim0.30$ 、 $z:4.6\sim8.0$ 原子%、 $w:0.2\sim3.5$ 原子%)で表される合金組成からなり、ソフト磁性相とハード磁性相とを有する複合組織で構成される磁石粉末であって、結合樹脂と混合し成形して等方性ボンド磁石としたとき、室温での磁気特性を表すJ-H図での減磁曲線において、前記J-H図中の原点を通り、かつ傾き(J/H)が $-3.8\times 10^{-6}$ ヘンリー/mである直線との交点を出発点として測定した場合の不可逆帯磁率

( $\chi_{irr}$ )が $5.0\times 10^{-7}$ ヘンリー/m以下であり、さらに、室温での固有保磁力 $H_c$ が $320\sim 720$  kA/mであることを特徴とする磁石粉末。

【0010】(2) 結合樹脂と混合し成形して密度 $\rho$  [Mg/m<sup>3</sup>]の等方性ボンド磁石としたとき、室温での残留磁束密度 $B_r$  [T]が、 $B_r/\rho$  [ $\times 10^{-6}$  T·m<sup>3</sup>/g]  $\geq 0.125$ の関係を満足する上記(1)に記載の磁石粉末。

【0011】(3) 磁石粉末は、結合樹脂と混合し成形して等方性ボンド磁石としたとき、不可逆減磁率(初期減磁率)の絶対値が6.2%以下である上記(1)ま

たは(2)に記載の磁石粉末。

【0012】(4) 前記Rは、Ndおよび/またはPrを主とする希土類元素である上記(1)ないし(3)のいずれかに記載の磁石粉末。

【0013】(5) 前記Rは、Prを含み、その割合が前記R全体に対し5～75%である上記(1)ないし(4)のいずれかに記載の磁石粉末。

【0014】(6) 前記Rは、Dyを含み、その割合が前記R全体に対し14%以下である上記(1)ないし(5)のいずれかに記載の磁石粉末。

【0015】(7) 磁石粉末は、溶湯合金を急冷することにより得られたものである上記(1)ないし(6)のいずれかに記載の磁石粉末。

【0016】(8) 磁石粉末は、冷却ロールを用いて製造された急冷薄帯を粉砕して得られたものである上記(1)ないし(7)のいずれかに記載の磁石粉末。

【0017】(9) 磁石粉末は、その製造過程で、または製造後少なくとも1回熱処理が施されたものである上記(1)ないし(8)のいずれかに記載の磁石粉末。

【0018】(10) 平均粒径が $0.5\sim 150$  μmである上記(1)ないし(9)のいずれかに記載の磁石粉末。

【0019】(11) 上記(1)ないし(10)のいずれかに記載の磁石粉末を結合樹脂で結合してなることを特徴とする等方性ボンド磁石。

【0020】(12) Crを含有する磁石粉末を結合樹脂で結合してなる等方性ボンド磁石であって、室温での磁気特性を表すJ-H図での減磁曲線において、前記J-H図中の原点を通り、かつ傾き(J/H)が $-3.8\times 10^{-6}$ ヘンリー/mである直線との交点を出発点として測定した場合の不可逆帯磁率( $\chi_{irr}$ )が $5.0\times 10^{-7}$ ヘンリー/m以下であり、さらに、室温での固有保磁力 $H_c$ が $320\sim 720$  kA/mであることを特徴とする等方性ボンド磁石。

【0021】(13) 等方性ボンド磁石の密度を $\rho$  [Mg/m<sup>3</sup>]としたとき、室温での残留磁束密度 $B_r$  [T]が、 $B_r/\rho \geq 0.125$  [ $\times 10^{-6}$  T·m<sup>3</sup>/g]の関係を満足する上記(12)に記載の等方性ボンド磁石。

【0022】(14) 前記磁石粉末は、R-TM-B-Cr系合金(ただし、Rは、少なくとも1種の希土類元素、TMは、鉄を主とする遷移金属)よりなるものである上記(12)または(13)に記載の等方性ボンド磁石。

【0023】(15) 不可逆減磁率(初期減磁率)の絶対値が6.2%以下である上記(12)ないし(14)のいずれかに記載の等方性ボンド磁石。

【0024】(16) 前記磁石粉末は、ソフト磁性相とハード磁性相とを有する複合組織で構成されるものである上記(12)ないし(15)のいずれかに記載の等

10

20

40

50

方性ボンド磁石。

【0025】(17) 多極着磁に供される、または多極着磁された上記(11)ないし(16)のいずれかに記載の等方性ボンド磁石。

【0026】(18) モータに用いられる上記(11)ないし(17)のいずれかに記載の等方性ボンド磁石。

【0027】

【発明の実施の形態】以下、本発明の磁石粉末および等方性ボンド磁石の実施の形態について、詳細に説明する。

【0028】[本発明の概要]モータなどの小型化を図るために、磁束密度が高い磁石を得ることが課題となっている。ボンド磁石における磁束密度を決定する要因は、磁石粉末の磁化の値と、ボンド磁石中における磁石粉末の含有量(含有率)とがあるが、磁石粉末自体の磁化がそれほど高くない場合には、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量を極端に多くしないと十分な磁束密度が得られない。

【0029】現在普及している前述のMQI社製のMQP-B粉末は、前述したように、用途によっては磁束密度が不十分であり、よって、ボンド磁石の製造に際し、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量を高めること、すなわち高密度化を余儀なくされ、耐食性、耐熱性や機械的強度等の面で信頼性に欠けるとともに、保磁力が高いため、着磁性が悪いという欠点を有している。

【0030】これに対し、本発明の磁石粉末および等方性ボンド磁石は、十分な磁束密度と適度な保磁力が得られ、これにより、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量(含有率)をそれほど高める必要がなく、その結果、高強度で、成形性、耐食性、着磁性等に優れた信頼性の高いボンド磁石を提供することができ、また、ボンド磁石の小型化、高性能化により、モータ等の磁石搭載機器の小型化にも大きく貢献することができる。

【0031】さらに、本発明の磁石粉末は、ハード磁性相とソフト磁性相とを有する複合組織を構成するものとすることができる。

【0032】前述のMQI社製のMQP-B粉末は、ハード磁性相の単相組織であるが、このような複合組織では磁化の高いソフト磁性相が存在するため、トータルの磁化が高くなるという利点があり、さらにリコイル透磁率が高くなるため、一旦逆磁場を加えてもその後の減磁率が小さいという利点を有する。

【0033】[磁石粉末の合金組成]本発明の磁石粉末は、 $R_x(Fe_{1-x}Co_y)_{100-x-z-w}B_zCr_w$  (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x:7.1\sim9.9$ 原子%、 $y:0\sim0.30$ 、 $z:4.6\sim8.0$ 原子%、 $w:0.2\sim3.5$ 原子%)で表される合金組成からなるものである。

【0034】R(希土類元素)としては、Y、La、Ce

e、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、ミッシュメタルが挙げられ、これらを1種または2種以上含むことができる。

【0035】Rの含有量(含有率)は、 $7.1\sim9.9$ 原子%とされる。Rが $7.1$ 原子%未満では、十分な保磁力が得られず、Crを添加しても保磁力の向上が少ない。一方、Rが $9.9$ 原子%を超えると、磁化のポテンシャルが下がるため、十分な磁束密度が得られなくなる。

【0036】ここで、RはNdおよび/またはPrを主とする希土類元素であるのが好ましい。その理由は、これらの希土類元素は、複合組織(特にナノコンポジット組織)を構成するハード磁性相の飽和磁化を高め、また磁石として良好な保磁力を実現するために有効だからである。

【0037】また、Rは、Prを含み、その割合がR全体に対し $5\sim75\%$ であるのが好ましく、 $20\sim60\%$ であるのがより好ましい。この範囲であると、残留磁束密度の低下をほとんど生じることなく、保磁力および角型性を向上させることができるためである。

【0038】また、Rは、Dyを含み、その割合がR全体に対し $14\%$ 以下であるのが好ましい。この範囲であると、残留磁束密度の著しい低下を生じることなく、保磁力を向上させることができると共に、温度特性(熱的安定性)の向上も可能となるからである。

【0039】Coは、Feと同様の特性を有する遷移金属である。このCoを添加すること(Feの一部を置換すること)により、キュリー温度が高くなり、温度特性が向上するが、Feに対するCoの置換比率が $0.30$ を超えると、保磁力、磁束密度は共に低下する傾向を示す。Feに対するCoの置換比率が $0.05\sim0.20$ の範囲では、温度特性の向上のみならず、磁束密度自体も向上するので、さらに好ましい。

【0040】B(ボロン)は、高い磁気特性を得るのに有効な元素であり、その含有量は、 $4.6\sim8.0$ 原子%とされる。Bが $4.6$ 原子%未満であると、B-H(J-H)ループにおける角型性が悪くなる。一方、Bが $8.0$ 原子%を超えると、非磁性相が多くなり、磁束密度が急減する。

【0041】Crは、保磁力向上にとって有利な元素であり、特に、 $0.2\sim3.5$ 原子%の範囲で保磁力向上の効果が顕著に現れる。また、この範囲では、保磁力向上に追隨して、角型性および最大磁気エネルギー積も向上する。さらに、耐熱性および耐食性についても良好となる。ただし、上述したように、Rが $7.1$ 原子%未満では、Cr添加によるこのような効果は非常に小さい。また、Crが $3.5$ 原子%を超えると、磁化の低下が生じる。

【0042】そして、Crを $0.2\sim3.5$ 原子%含む

ことによるもう一つの重要な効果は、後述する不可逆帯磁率( $\chi_{irr}$ )を小さくすることができ、さらに、不可逆減磁率を改善することができ、磁石の耐熱性(熱的安定性)が向上することである。 $C_r$ が0.2%原子未満では、このような効果が少なく、また前述した保磁力の向上も少ない。

【0043】なお、 $C_r$ 自体は新規な物質ではないが、本発明では、実験、研究を重ねた結果、ソフト磁性相とハード磁性相を有する複合組織で構成される磁石粉末において、 $C_r$ を0.2~3.5原子%の範囲で含有せしめることにより、①優れた角型性、最大磁気エネルギー積を確保しつつ保磁力の向上が図れる、②後述する不可逆帯磁率( $\chi_{irr}$ )を小さくすることができる、③不可逆減磁率の改善(絶対値の低減)が図れる、④良好な耐食性を保持できる、という4つの効果が得られること、特にこれらの効果が同時に得られることを見出したものであり、この点に本発明の意義がある。

【0044】なお、 $C_r$ 含有量の好ましい範囲は、前述したように0.2~3.5原子%であるが、この範囲の上限値は、3.0原子%であるのがより好ましく、2.5原子%であるのがさらに好ましい。

【0045】また、磁気特性をさらに向上させる等の目的で、磁石粉末を構成する合金中には、必要に応じ、Al、Cu、Si、Ga、Nb、V、Ta、Zr、Mo、Hf、Ag、Zn、P、Ge、Ti、Wよりなる群(以下この群を「Q」で表す)から選択される少なくとも1種の元素を含有することもできる。Qに属する元素を含有する場合、その含有量は、2原子%以下であるのが好ましく、0.1~1.5原子%であるのがより好ましく、0.2~1.0原子%であるのがさらに好ましい。

【0046】Qに属する元素の含有は、その種類に応じた固有の効果を発揮する。例えば、Al、Cu、Si、Ga、V、Ta、Zr、Nbは、耐食性を向上させる効果がある。

【0047】[複合組織]また、磁石材料は、ソフト磁性相とハード磁性相とを有する複合組織となっている。

【0048】この複合組織(ナノコンポジット組織)は、ソフト磁性相10とハード磁性相11とが、例えば図1、図2または図3に示すようなパターン(モデル)で存在しており、各相の厚さや粒径がナノメートルレベル(例えば1~100nm)で存在している。そして、ソフト磁性相10とハード磁性相11とが相隣接し、磁氣的な交換相互作用を生じる。なお、図1~図3に示すパターンは、一例であって、これらに限られるものではなく、例えば図2に示すパターンにおいて、ソフト磁性相10とハード磁性相11とが逆になっているものでもよい。

【0049】ソフト磁性相の磁化は、外部磁界の作用により容易にその向きを変えるので、ハード磁性相に混在すると、系全体の磁化曲線は、B-H図の第二象現で段

のある「へび型曲線」となる。しかし、ソフト磁性相のサイズが数10nm以下と十分小さい場合には、ソフト磁性体の磁化が周囲のハード磁性体の磁化との結合によって十分強く拘束され、系全体がハード磁性体として振舞うようになる。

【0050】このような複合組織(ナノコンポジット組織)を持つ磁石は、主に、以下に挙げる特徴1)~5)を有している。

【0051】1) B-H図(J-H図)の第二象現で、磁化が可逆的にスプリングバックする(この意味で「スプリング磁石」とも言う)。

2) 着磁性が良く、比較的低い磁場で着磁できる。

3) 磁気特性の温度依存性がハード磁性相単独の場合に比べて小さい。

4) 磁気特性の経時変化が小さい。

5) 微粉碎しても磁気特性が劣化しない。

【0052】前述した合金組成において、ハード磁性相およびソフト磁性相は、例えば次のようなものとなる。

【0053】ハード磁性相： $R_2TM_2B$ 系(ただし、TMは、FeまたはFeとCo)、または $R_2(TM, Cr)_2B$ 系(あるいは、 $R_2(TM, Q)_2B$ 系、 $R_2(TM, Cr, Q)_2B$ 系)

ソフト磁性相：TM(特に $\alpha-Fe$ 、 $\alpha-(Fe, Co)$ )、またはTMとCrとの合金相、TMとBとの化合物相、TMとBとCrとの化合物相(あるいは、これらのQを含む相)

【0054】[磁石粉末の製造]本発明の磁石粉末は、溶湯合金を急冷することにより製造されたものであるのが好ましく、特に、合金の溶湯を急冷、固化して得られた急冷薄帯(リボン)を粉碎して製造されたものであるのが好ましい。以下、その方法の一例について説明する。

【0055】図4は、単ロールを用いた急冷法により磁石材料を製造する装置(急冷薄帯製造装置)の構成例を示す斜視図、図5は、図4に示す装置における溶湯の冷却ロールへの衝突部位付近の状態を示す断面側面図である。

【0056】図4に示すように、急冷薄帯製造装置1は、磁石材料を収納し得る筒体2と、該筒体2に対し図中矢印9A方向に回転する冷却ロール5とを備えている。筒体2の下端には、磁石材料(合金)の溶湯を射出するノズル(オリフィス)3が形成されている。

【0057】また、筒体2のノズル3近傍の外周には、加熱用のコイル4が配置され、このコイル4に例えば高周波を印加することにより、筒体2内を加熱(誘導加熱)し、筒体2内の磁石材料を熔融状態にする。

【0058】冷却ロール5は、基部51と、冷却ロール5の周面53を形成する表面層52とで構成されている。

【0059】基部51の構成材料は、表面層52と同じ

材質で一体構成されていてもよく、また、表面層52とは異なる材質で構成されていてもよい。

【0060】基部51の構成材料は、特に限定されないが、表面層52の熱をより速く放散できるように、例えば銅または銅系合金のような熱伝導率の高い金属材料で構成されているのが好ましい。

【0061】また、表面層52は、熱伝導率が基部51と同等かまたは基部51より低い材料で構成されているのが好ましい。表面層52の具体例としては、Cr等の金属薄層または金属酸化物層や、セラミックスが挙げら

れる。  
【0062】セラミックスとしては、例えば、 $Al_2O_3$ 、 $SiO_2$ 、 $TiO_2$ 、 $Ti_2O_3$ 、 $ZrO_2$ 、 $Y_2O_3$ 、チタン酸バリウム、チタン酸ストロンチウム等の酸化物系セラミックス、 $AlN$ 、 $Si_3N_4$ 、 $TiN$ 、 $BN$ 等の窒化物系セラミックス、グラファイト、 $SiC$ 、 $ZrC$ 、 $Al_4C_3$ 、 $CaC_2$ 、 $WC$ 等の炭化物系のセラミックス、あるいは、これらのうちの2以上を任意に組合せた複合セラミックスが挙げられる。

【0063】このような急冷薄帯製造装置1は、チャンバー（図示せず）内に設置され、該チャンバー内に、好ましくは不活性ガスやその他の雰囲気ガスが充填された状態で作動する。特に、急冷薄帯8の酸化を防止するために、雰囲気ガスは、例えばアルゴンガス、ヘリウムガス、窒素ガス等の不活性ガスであるのが好ましい。

【0064】急冷薄帯製造装置1では、筒体2内に磁石材料（合金）を入れ、コイル4により加熱して溶融し、その溶湯6をノズル3から吐出すると、図5に示すように、溶湯6は、冷却ロール5の周面53に衝突し、パドル（湯溜り）7を形成した後、回転する冷却ロール5の周面53に引きずられつつ急速に冷却されて凝固し、急冷薄帯8が連続的または断続的に形成される。このようにして形成された急冷薄帯8は、やがて、そのロール面81が周面53から離れ、図4中の矢印9B方向に進行する。なお、図5中、溶湯の凝固界面71を点線で示す。

【0065】冷却ロール5の周速度は、合金溶湯の組成、周面53の溶湯6に対する濡れ性等によりその好適な範囲が異なるが、磁気特性向上のために、通常、1～60m/秒であるのが好ましく、5～40m/秒であるのがより好ましい。冷却ロール5の周速度が遅すぎると、急冷薄帯8の体積流量（単位時間あたりに吐出される溶湯の体積）によっては、急冷薄帯8の厚さtが厚くなり、結晶粒径が増大する傾向を示し、逆に冷却ロール5の周速度が速すぎると、大部分が非晶質組織となり、いずれの場合にも、その後に熱処理を加えたとしても磁気特性の向上が望めなくなる。

【0066】なお、得られた急冷薄帯8に対しては、例えば、非晶質組織の再結晶化の促進、組織の均質化のために、少なくとも1回熱処理を施すこともできる。この

熱処理の条件としては、例えば、400～900℃で、0.5～300分程度とすることができる。

【0067】また、この熱処理は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中のような、非酸化性雰囲気中で行うのが好ましい。

【0068】以上のような製造方法により得られた急冷薄帯（薄帯状の磁石材料）8は、微細結晶組織、もしくは微細結晶がアモルファス組織中に含まれるような組織となり、優れた磁気特性が得られる。そして、この急冷薄帯8を粉砕することにより、本発明の磁石粉末が得られる。

【0069】粉砕の方法は、特に限定されず、例えばボールミル、振動ミル、ジェットミル、ピンミル等の各種粉砕装置、破碎装置を用いて行うことができる。この場合、粉砕は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中のような、非酸化性雰囲気中で行うこともできる。

【0070】磁石粉末の平均粒径は、特に限定されないが、後述する等方性ボンド磁石を製造するためのものの場合、磁石粉末の酸化防止と、粉砕による磁気特性劣化の防止とを考慮して、0.5～150μm程度が好ましく、0.5～80μm程度がより好ましく、1～50μm程度がさらに好ましい。

【0071】また、ボンド磁石の成形時のより良好な成形性を得るために、磁石粉末の粒径分布は、ある程度分散されている（バラツキがある）のが好ましい。これにより、得られたボンド磁石の空孔率を低減することができ、その結果、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量を同じとしたときに、ボンド磁石の密度や機械的強度をより高めることができ、磁気特性をさらに向上することができる。

【0072】なお、得られた磁石粉末に対しては、例えば、粉砕により導入されたひずみの影響の除去、結晶粒径の制御を目的として、熱処理を施すこともできる。この熱処理の条件としては、例えば、350～850℃で、0.5～300分程度とすることができる。

【0073】また、この熱処理は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中のような、非酸化性雰囲気中で行うのが好ましい。

【0074】以上のような磁石粉末を用いてボンド磁石を製造した場合、そのような磁石粉末は、結合樹脂との結合性（結合樹脂の濡れ性）が良く、そのため、このボンド磁石は、機械的強度が高く、熱安定性（耐熱性）、耐食性が優れたものとなる。従って、当該磁石粉末は、

ボンド磁石の製造に適している。

【0075】なお、以上では、急冷法として、単ロール法を例に説明したが、双ロール法を採用してもよい。また、その他、例えばガスアトマイズのようなアトマイズ法、回転ディスク法、メルト・エクストラクション法、メカニカル・アロイング(MA)法等により製造してもよい。このような急冷法は、金属組織(結晶粒)を微細化することができるので、ボンド磁石の磁石特性、特に保磁力等を向上させるのに有効である。

【0076】〔ボンド磁石およびその製造〕次に、本発明の等方性ボンド磁石(以下単に、「ボンド磁石」とも言う)について説明する。

【0077】本発明のボンド磁石は、好ましくは、前述の磁石粉末を結合樹脂で結合してなるものである。

【0078】結合樹脂(バインダー)としては、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂のいずれでもよい。

【0079】熱可塑性樹脂としては、例えば、ポリアミド(例:ナイロン6、ナイロン46、ナイロン66、ナイロン610、ナイロン612、ナイロン11、ナイロン12、ナイロン6-12、ナイロン6-66)、熱可塑性ポリイミド、芳香族ポリエステル等の液晶ポリマー、ポリフェニレンオキシド、ポリフェニレンサルファイド、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン-酢酸ビニル共重合体等のポリオレフィン、変性ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリエステル、ポリエーテル、ポリエーテルエーテルケトン、ポリエーテルイミド、ポリアセタール等、またはこれらを主とする共重合体、ブレンド体、ポリマーアロイ等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0080】これらのうちでも、成形性が特に優れており、機械的強度が高いことから、ポリアミド、耐熱性向上の点から、液晶ポリマー、ポリフェニレンサルファイドを主とするものが好ましい。また、これらの熱可塑性樹脂は、磁石粉末との混練性にも優れている。

【0081】このような熱可塑性樹脂は、その種類、共重合化等により、例えば成形性を重視したものや、耐熱性、機械的強度を重視したものというように、広範囲の選択が可能となるという利点がある。

【0082】一方、熱硬化性樹脂としては、例えば、ビスフェノール型、ノボラック型、ナフタレン系等の各種エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、ポリエステル(不飽和ポリエステル)樹脂、ポリイミド樹脂、シリコン樹脂、ポリウレタン樹脂等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0083】これらのうちでも、成形性が特に優れており、機械的強度が高く、耐熱性に優れるという点から、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリイミド樹脂、シリ

コン樹脂が好ましく、エポキシ樹脂が特に好ましい。また、これらの熱硬化性樹脂は、磁石粉末との混練性、混練の均一性にも優れている。

【0084】なお、使用される熱硬化性樹脂(未硬化)は、室温で液状のものでも、固形(粉末状)のものでもよい。

【0085】このような本発明のボンド磁石は、例えば次のようにして製造される。磁石粉末と、結合樹脂と、必要に応じ添加剤(酸化防止剤、潤滑剤等)とを混合、混練(例えば、温間混練)してボンド磁石用組成物(コンパウンド)を製造し、このボンド磁石用組成物を用いて、圧縮成形(プレス成形)、押出成形、射出成形等の成形方法により、無磁場中で所望の磁石形状に成形する。結合樹脂が熱硬化性樹脂の場合には、成形後、加熱等によりそれを硬化する。

【0086】ここで、前記3種の成形方法のうち、押出成形および射出成形(特に、射出成形)は、形状選択の自由度が広く、生産性が高い等の利点があるが、これらの成形方法では、良好な成形性を得るために、成形機内におけるコンパウンドの十分な流動性を確保しなければならないため、圧縮成形に比べて、磁石粉末の含有量を多くすること、すなわちボンド磁石を高密度化することができない。しかしながら、本発明では、後述するように、高い磁束密度が得られ、そのため、ボンド磁石を高密度化しなくても優れた磁気特性が得られるので、押出成形、射出成形により製造されるボンド磁石にもその利点を楽しむことができる。

【0087】ボンド磁石中の磁石粉末の含有量(含有率)は、特に限定されず、通常は、成形方法や、成形性と高磁気特性との両立を考慮して決定される。具体的には、75~99.5wt%程度であるのが好ましく、85~97.5wt%程度であるのがより好ましい。

【0088】特に、ボンド磁石が圧縮成形により製造されたもの場合には、磁石粉末の含有量は、90~99.5wt%程度であるのが好ましく、93~98.5wt%程度であるのがより好ましい。

【0089】また、ボンド磁石が押出成形または射出成形により製造されたもの場合には、磁石粉末の含有量は、75~98wt%程度であるのが好ましく、85~97wt%程度であるのがより好ましい。

【0090】ボンド磁石の密度 $\rho$ は、それに含まれる磁石粉末の比重、磁石粉末の含有量、空孔率等の要因により決定される。本発明のボンド磁石において、その密度 $\rho$ は特に限定されないが、5.3~6.6Mg/m<sup>3</sup>程度であるのが好ましく、5.5~6.4Mg/m<sup>3</sup>程度であるのがより好ましい。

【0091】本発明では、磁石粉末の磁束密度、保磁力が大きいので、ボンド磁石に成形した場合に、磁石粉末の含有量が多い場合はもちろんのこと、含有量が比較的小さい場合でも、優れた磁気特性(特に、高い最大磁気



エネルギー積(BH)<sub>max</sub>が得られる。

【0092】本発明のボンド磁石の形状、寸法等は特に限定されず、例えば、形状に関しては、例えば、円柱状、角柱状、円筒状(リング状)、円弧状、平板状、湾曲板状等のあらゆる形状のものが可能であり、その大きさも、大型のものから超小型のものまであらゆる大きさのものが可能である。特に、小型化、超小型化された磁石に有利であることは、本明細書中で度々述べている通りである。

【0093】このようなことから、本発明のボンド磁石は、多極着磁に供される、または多極着磁されたものであるのが好ましい。

【0094】以上のような本発明のボンド磁石は、室温での磁気特性を表すJ-H図(縦軸に磁化(J)、横軸に磁界(H)をとった図)での減磁曲線において、J-H図中の原点を通り、かつ傾き(J/H)が $-3.8 \times 10^{-6}$ ヘンリー/mである直線との交点を出発点として測定した場合の不可逆帯磁率( $\chi_{irr}$ )が $5.0 \times 10^{-7}$ ヘンリー/m以下であり、さらに、室温での固有保磁力( $H_c$ )が320~720kA/mであるという磁気特性(磁気性能)を有している。以下、不可逆帯磁率( $\chi_{irr}$ )、固有保磁力( $H_c$ )および残留磁束密度(B<sub>r</sub>)と密度( $\rho$ )の関係について順次説明する。

【0095】[不可逆帯磁率について]不可逆帯磁率( $\chi_{irr}$ )とは、図6に示すように、J-H図での減磁曲線において、ある点Pにおける当該減磁曲線の接線の傾きを微分帯磁率( $\chi_{irr}$ )とし、前記点Pから一旦減磁界の大きさを減らしてリコイル曲線を描かせたときの当該リコイル曲線の傾き(リコイル曲線の両端を結ぶ直線の傾き)を可逆帯磁率( $\chi_{rev}$ )としたとき、次式で表されるもの(単位:ヘンリー/m)を言う。

【0096】不可逆帯磁率( $\chi_{irr}$ )=微分帯磁率( $\chi_{irr}$ )-可逆帯磁率( $\chi_{rev}$ )

なお、本発明では、J-H図での減磁曲線において、J-H図中の原点を通りかつ傾き(J/H)が $-3.8 \times 10^{-6}$ ヘンリー/mである直線yとの交点を前記点Pとした。

【0097】本発明において、室温での不可逆帯磁率( $\chi_{irr}$ )の上限値を $5.0 \times 10^{-7}$ ヘンリー/mと定めた理由は、次の通りである。

【0098】前述したように、不可逆帯磁率( $\chi_{irr}$ )は、一旦減磁界をかけた後、その絶対値を減少させても\*

$$0.125 \leq B_r / \rho [\times 10^{-6} \text{ T} \cdot \text{m}^3 / \text{g}] \cdots (I)$$

また、式(I)に代わり、式(II)を満足するのがより好ましく、式(III)を満足するのがさらに好ましい。\*

$$0.128 \leq B_r / \rho [\times 10^{-6} \text{ T} \cdot \text{m}^3 / \text{g}] \leq 0.16 \cdots (II)$$

$$0.13 \leq B_r / \rho [\times 10^{-6} \text{ T} \cdot \text{m}^3 / \text{g}] \leq 0.155 \cdots (III)$$

$B_r / \rho [\times 10^{-6} \text{ T} \cdot \text{m}^3 / \text{g}]$ の値が前記式中の下限値未満であると、磁石の密度を高くしないと、すなわち磁石粉末の含有量(含有率)を高くしないと、十分な磁

\*戻らない磁化の磁界に対する変化率を示すものであるため、この不可逆帯磁率( $\chi_{irr}$ )をある程度小さい値に抑えることにより、ボンド磁石の熱的安定性の向上、特に不可逆減磁率の絶対値の低減が図れる。実際に、本発明における不可逆帯磁率( $\chi_{irr}$ )の範囲では、ボンド磁石を例えば100℃×1時間の環境下に放置後、室温まで戻したときの不可逆減磁率はその絶対値が約5%以下となり、実用上(特にモータ等の使用において)十分な耐熱性すなわち熱的安定性が得られる。

【0099】これに対し、不可逆帯磁率( $\chi_{irr}$ )が $5.0 \times 10^{-7}$ ヘンリー/mを超えると、不可逆減磁率の絶対値が増大し、十分な熱的安定性が得られない。また、固有保磁力が低くなるとともに角型性が悪くなるので、ボンド磁石の実際の使用において、パーミアンス係数(P<sub>c</sub>)が大きくなる(例えばP<sub>c</sub>≥5)ような用途での使用に制限されてしまう。また、保磁力の低下は、熱的安定性の低下をもたらすことにもなる。

【0100】室温での不可逆帯磁率( $\chi_{irr}$ )を $5.0 \times 10^{-7}$ ヘンリー/m以下と定めた理由は以上のとおりであるが、不可逆帯磁率( $\chi_{irr}$ )はできるだけ小さい値が好ましく、従って、本発明では、不可逆帯磁率( $\chi_{irr}$ )が $4.5 \times 10^{-7}$ ヘンリー/m以下であるのがより好ましく、 $4.0 \times 10^{-7}$ ヘンリー/m以下であるのがさらに好ましい。

【0101】[固有保磁力について]ボンド磁石の室温での固有保磁力( $H_c$ )は、320~720kA/mである。特に、400~640kA/mがより好ましい。

【0102】固有保磁力( $H_c$ )が前記上限値を超えると、着磁性が劣り、十分な磁束密度が得られない。

【0103】一方、固有保磁力( $H_c$ )が前記下限値未満であると、モータの用途によっては逆磁場がかかったときの減磁が顕著になり、また、高温における耐熱性が劣る。従って、固有保磁力( $H_c$ )を上記範囲とすることにより、ボンド磁石(特に、円筒状磁石)に多極着磁等をするような場合に、十分な着磁磁場が得られないときでも、良好な着磁が可能となり、十分な磁束密度が得られ、高性能なボンド磁石、特にモータ用ボンド磁石を提供することができる。

【0104】[残留磁束密度B<sub>r</sub>と密度ρの関係について]残留磁束密度B<sub>r</sub>(T)と密度ρ(Mg/m<sup>3</sup>)との間で、下記式(I)の関係を満足するのが好ましい。

$$[0105]$$

$$[0106]$$

束密度が得られない。そうした場合、成形方法の制約、高コスト化、結合樹脂の減少による成形性の低下という問題を招く。また、一定の磁束密度を得るためには体積

が増えることとなり、機器の小型化が困難となる。

【0107】さらに本発明のボンド磁石は、最大磁気エネルギー積、不可逆減磁率について、以下に述べる条件を満足するのが好ましい。

【0108】〔最大磁気エネルギー積(BH)<sub>max</sub>について〕最大磁気エネルギー積(BH)<sub>max</sub>は、60kJ/m<sup>3</sup>以上であるのが好ましく、65kJ/m<sup>3</sup>以上であるのがより好ましく、70~130kJ/m<sup>3</sup>であるのがさらに好ましい。最大磁気エネルギー積(BH)<sub>max</sub>が60kJ/m<sup>3</sup>未満であると、モータ用に用いた場合、その種類、構造によっては、十分なトルクが得られない。

【0109】〔不可逆減磁率について〕不可逆減磁率(初期減磁率)の絶対値は、6.2%以下であるのが好ましく、5%以下であるのがより好ましく、4%以下であるのがさらに好ましい。これにより、熱的安定性(耐熱性)に優れたボンド磁石が得られる。

【0110】

【実施例】以下、本発明の具体的実施例について説明する。

【0111】(実施例1)以下に述べるような方法で合金組成が(Nd<sub>0.7</sub>Pr<sub>0.2</sub>Dy<sub>0.05</sub>)<sub>100-x</sub>Fe<sub>0.1</sub>Co<sub>0.1</sub>B<sub>0.1</sub>Cr<sub>x</sub>で表される磁石粉末(Cr含有量wを種々変化させた7種の磁石粉末)を得た。

【0112】まず、Nd、Pr、Dy、Fe、Co、B、Crの各原料を秤量して母合金インゴットを製造し、このインゴットから約15gのサンプルを切り出した。

【0113】図4および図5に示す構成の急冷薄帯製造装置1を用意し、底部にノズル(円孔オリフィス：オリフィス直径0.55mm)3を設けた石英管内に前記サンプルを入れた。急冷薄帯製造装置1が収納されているチャンバー内を脱気した後、不活性ガス(アルゴンガス)を導入し、所望の温度および圧力の雰囲気とした。

【0114】冷却ロール5としては、銅製の基部51の外周に、WCよりなる厚さ約7μmの表面層52を設けたもの(直径200mm)を用いた。

【0115】その後、石英管内のインゴットサンプルを高周波誘導加熱により溶解し、さらに、溶湯の噴射圧(石英管の内圧と雰囲気圧との差圧)、冷却ロールの周速度を調整して、急冷薄帯を作製した。

【0116】得られた急冷薄帯を粗粉碎した後、アルゴンガス雰囲気中で700℃×300秒の熱処理を施して、磁石粉末を得た。

【0117】次に、粒度調整のために、この磁石粉末をさらに粉碎機(ライカイ機)を用いてアルゴンガス中で粉碎し、平均粒径50μmの磁石粉末にした。

【0118】得られた各磁石粉末について、その相構成

を分析するため、Cu-Kαを用い回折角2θ°~60°にてX線回折を行った。回折パターンからハード磁性相であるR<sub>2</sub>(Fe<sub>2</sub>C<sub>10</sub>)<sub>2</sub>B型相と、ソフト磁性相であるα-(Fe, Co)型相の回折ピークが確認でき、透過型電子顕微鏡(TEM)による観察結果から、いずれも、複合組織(ナノコンポジット組織)を形成していることが確認された。

【0119】この磁石粉末に、ポリアミド樹脂(ナイロン12)と、少量のヒドラジン系酸化防止剤および潤滑剤とを混合し、これらを225℃×15分間、混練してボンド磁石用組成物(コンパウンド)を作製した。このとき、磁石粉末とポリアミド樹脂(ナイロン12)との配合比率(重量比)は、各ボンド磁石についてほぼ等しい値とした。すなわち、各ボンド磁石中の磁石粉末の含有量(含有率)は、約97wt%であった。

【0120】次いで、このコンパウンドを粉碎して粒状とし、この粒状物を秤量してプレス装置の金型内に充填し、温度210℃、圧力800MPaで圧縮成形(無磁場中)して、直径10mm×高さ7mmの円柱状の等方性ボンド磁石を得た。各ボンド磁石の密度ρをアルキメデス法により測定した。その結果を表1に示した。

【0121】<磁気特性、不可逆帯磁率の評価>各ボンド磁石について、磁場強度3.2MA/mでパルス着磁を施した後、直流自記磁束計(東英工業(株)製、TRF-5BH)にて最大印加磁場2.0MA/mで磁気特性(残留磁束密度B<sub>r</sub>、固有保磁力H<sub>c</sub>、最大磁気エネルギー積(BH)<sub>max</sub>)を測定した。測定時の温度は、23℃(室温)であった。

【0122】図7に示すように、得られたJ-H図の減磁曲線において、原点を通り傾き(J/H)が-3.8×10<sup>-6</sup>ヘンリー/mの直線との交点Pを出発点とし、ここから磁界を一旦0まで変化させてから再び元に戻してリコイル曲線を描き、このリコイル曲線の傾き(リコイル曲線の両端を結ぶ直線の傾き)を可逆帯磁率(χ<sub>rev</sub>)として求めた。また、前記交点Pにおける減磁曲線の接線の傾きを微分帯磁率(χ<sub>dif</sub>)として求めた。室温での不可逆帯磁率(χ<sub>irr</sub>)は、χ<sub>irr</sub>=χ<sub>dif</sub>-χ<sub>rev</sub>として求めた。これらの結果を下記表1に示す。

【0123】<耐熱性の評価>次に、前記各ボンド磁石(直径10mm×高さ7mmの円柱状)の耐熱性(熱的安定性)を調べた。この耐熱性は、ボンド磁石を100℃×1時間の環境下に保持した後、室温まで戻した際の不可逆減磁率(初期減磁率)を測定し、評価した。その結果を下記表1に示す。不可逆減磁率(初期減磁率)の絶対値が小さいほど、耐熱性(熱的安定性)に優れる。

【0124】

【表1】

17

18

サンプル No.	w	$\rho$ ( $\text{Mg/m}^3$ )	B <sub>r</sub> (T)	H <sub>cj</sub> ( $\text{kA/m}$ )	(BH) <sub>max</sub> ( $\text{kJ/m}^3$ )	B <sub>r</sub> / $\rho$ ( $\times 10^{-6} \text{T} \cdot \text{m}^3/\text{g}$ )	$\chi_{irr}$ ( $\times 10^{-7} \text{H/m}$ )	不可逆減 磁率 (%)
1(比較例)	0.1	6.26	0.82	349	71.4	0.131	7.2	-6.4
2(本発明)	0.2	6.27	0.86	420	103.5	0.137	4.7	-4.6
3(本発明)	0.5	6.31	0.89	483	109.3	0.141	3.6	-3.9
4(本発明)	1.2	6.30	0.92	502	116.1	0.146	3.2	-3.7
5(本発明)	2.5	6.32	0.90	538	114.2	0.142	2.9	-3.1
6(本発明)	3.3	6.33	0.82	569	106.8	0.129	2.4	-2.5
7(比較例)	3.6	6.30	0.75	550	75.2	0.119	3.3	-3.6

【0125】<総合評価>表1からわかるように、磁石粉末中のC<sub>r</sub>含有量wが0.2～3.5原子%でかつ不可逆減磁率( $\chi_{irr}$ )が $5.0 \times 10^{-7}$ ヘンリー/m以下の等方性ボンド磁石(No. 2～No. 6)は、いずれも優れた磁気特性(残留磁束密度、固有保磁力、最大磁気エネルギー積)を有し、不可逆減磁率の絶対値も小さいことから耐熱性(熱的安定性)が高く、さらに、着磁性も良好である。

【0126】以上のようなことから、本発明によれば、高性能で信頼性(特に、耐熱性)の高いボンド磁石を提供することができる。特に、ボンド磁石をモータとして使用した場合に、高い性能が発揮される。

【0127】(実施例2) 実施例1と同様にして、合金組成が( $\text{Nd}_{0.75}\text{Pr}_{0.25}\text{Dy}_{0.05}$ )<sub>1-x</sub>Fe<sub>0.95</sub>Co<sub>0.05</sub>B<sub>1-x</sub>Cr<sub>1-x</sub>で表される磁石粉末を得た。

【0128】得られた磁石粉末に、ポリアミド樹脂(ナイロン12)と、少量のヒドラジン系酸化防止剤および潤滑剤とを混合し、これらを200～230℃×15分間、混練してボンド磁石用組成物(コンパウンド)を作製した。このとき、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量

\* (含有率)を種々変化させて、7種類のコンパウンドを得た。

【0129】こうして得られたコンパウンドのうち磁石粉末の含有量が比較的多いものについては、粉碎して粒状とした後、無磁場中で圧縮成形することにより、また磁石粉末の含有量が比較的小さいものについては、粉碎して粒状とした後、無磁場中で射出成形することによりボンド磁石とした。

【0130】なお、ボンド磁石の寸法は、いずれも直径10mm×高さ7mmの円柱状とした。

【0131】圧縮成形は、粒状物をプレス装置の金型内に充填し、温度210～220℃、圧力800MPaで行った。射出成形は、成形時の金型温度を90℃、射出シリンダー内温度を230～280℃として成形を行った。

【0132】このようにして得られた各ボンド磁石について、実施例1と同様にして磁気特性の測定、および耐熱性の試験を行った。これらの結果を表2に示す。

【0133】

【表2】

サンプル No.	混練温度 (℃)	成形方法	成形温度 (℃)	$\rho$ ( $\text{Mg/m}^3$ )	B <sub>r</sub> (T)	H <sub>cj</sub> ( $\text{kA/m}$ )	(BH) <sub>max</sub> ( $\text{kJ/m}^3$ )	B <sub>r</sub> / $\rho$ ( $\times 10^{-6} \text{T} \cdot \text{m}^3/\text{g}$ )	$\chi_{irr}$ ( $\times 10^{-7} \text{H/m}$ )	不可逆減 磁率 (%)
8(比較例)	200	射出成形	230	5.31	0.78	570	84.0	0.147	2.0	-2.1
9(本発明)	203	射出成形	245	5.49	0.80	557	88.3	0.146	2.2	-2.4
10(本発明)	211	射出成形	260	5.67	0.82	550	92.9	0.145	2.6	-2.8
11(本発明)	216	射出成形	275	5.79	0.83	541	96.2	0.144	2.7	-3.0
12(本発明)	220	圧縮成形	210	5.94	0.85	538	100.6	0.143	3.0	-3.3
13(本発明)	224	圧縮成形	215	6.20	0.88	524	108.8	0.142	3.3	-3.6
14(比較例)	230	圧縮成形	220	6.47	0.92	519	118.5	0.142	3.7	-4.1

【0134】<総合評価>表2から明らかなように、本発明のボンド磁石は、密度 $\rho$ の広い範囲にわたって、優れた磁気特性(残留磁束密度B<sub>r</sub>、最大磁気エネルギー積(BH)<sub>max</sub>および保磁力H<sub>cj</sub>)を有するとともに、不可逆減磁率が小さく、熱的安定性(耐熱性)にも優れている。

【0135】特に、本発明のボンド磁石は、射出成形によって得られるような低密度のボンド磁石の場合(磁石粉末の含有量が少ない場合)においても優れた磁気特性を有しているが、これは、次のような理由のためである

と推定される。

【0136】低密度、すなわち結合樹脂の含有量が多いと、混練時や成形時におけるコンパウンドの流動性が高くなる。そのため、磁石粉末と結合樹脂とを比較的低温、短時間で混練することが可能となり、混練時におけるこれらの均一化を容易に達成できる。また、コンパウンドの流動性が高いと、成形も比較的低温、短時間で簡便に行うことが可能となる。すなわち、成形条件を緩和することができる。その結果、混練時、成形時における磁石粉末の劣化(酸化等)を最小限に抑えることがで

き、よって、高磁気特性のボンド磁石が得られ、成形性も向上する。

【0137】また、コンパウンドの流動性が高いと、得られるボンド磁石の空孔率を低くすることができ、よって、機械的強度の向上とともに磁気特性も向上する。

【0138】（実施例3）実施例1で得られた各磁石粉末を用いて、実施例1と同様にして、外径22mm×内径20mm×高さ4mmの円筒状（リング状）の等方性ボンド磁石を製造し、得られた各ボンド磁石を8極に多極着磁した。着磁の際に着磁コイルに流す電流値は16kAとした。

【0139】なお、このとき、着磁率90%を達成するのに要した着磁磁界の大きさは、比較的小さく、よって、着磁性は良好であった。

【0140】このようにして着磁された各ボンド磁石をロータ磁石として用いて、CD-ROM用スピンドルモータを組み立てた。

【0141】各CD-ROM用スピンドルモータにおいて、ロータを1000rpmで回転させたときの巻線コイルに発生した逆起電圧を測定した。その結果、サンプルNo. 1、No. 7（いずれも比較例）のボンド磁石を用いたモータは、電圧が0.80V以下であったのに対し、サンプルNo. 2～No. 6（本発明）のボンド磁石を用いたモータは、いずれも0.96V以上と20%以上高い値が得られた。

【0142】その結果、本発明のボンド磁石を用いると、高性能のモータが製造できることが確認された。

【0143】ボンド磁石を押出成形により製造した（ボンド磁石中の磁石粉末の含有率：92～95wt%）以外は、上記実施例1～3と同様にして本発明のボンド磁石およびモータを製造し、性能評価を行ったところ、前記と同様の結果が得られた。

【0144】ボンド磁石を射出成形により製造した（ボンド磁石中の磁石粉末の含有率：90～93wt%）以外は、上記実施例1～3と同様にして本発明のボンド磁石およびモータを製造し、性能評価を行ったところ、前記と同様の結果が得られた。

【0145】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、次のような効果が得られる。

【0146】・磁石粉末がCrを所定量含有し、また、ソフト磁性相とハード磁性相とを有する複合組織を有することにより、磁化が高く、優れた磁気特性を発揮し、特に固有保磁力と角型性が改善される。

【0147】・不可逆減磁率の絶対値が小さく、優れた耐熱性（熱的安定性）が得られる。

【0148】・高い磁束密度が得られるので、等方性であっても、高磁気特性を持つボンド磁石が得られる。特に、従来の等方性ボンド磁石に比べ、より小さい体積のボンド磁石で同等以上の磁気性能を発揮することができ

るので、より小型で高性能のモータを得ることが可能となる。

【0149】・また、高い磁束密度が得られることから、ボンド磁石の製造に際し、高密度化を追求しなくても十分に高い磁気特性を得ることができ、その結果、成形性の向上と共に、寸法精度、機械的強度、耐食性、耐熱性（熱的安定性）等のさらなる向上が図れ、信頼性の高いボンド磁石を容易に製造することが可能となる。

【0150】・着磁性が良好なので、より低い着磁磁場で着磁することができ、特に多極着磁等を容易かつ確実に行うことができ、かつ高い磁束密度を得ることができ

る。

【0151】・高密度化を要求されないことから、圧縮成形法に比べて高密度の成形がしにくい押出成形法や射出成形法によるボンド磁石の製造にも適し、このような成形方法で成形されたボンド磁石でも、前述したような効果が得られる。よって、ボンド磁石の成形方法の選択の幅、さらには、それによる形状選択の自由度が広がる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の磁石粉末における複合組織（ナノコンポジット組織）の一例を模式的に示す図である。

【図2】本発明の磁石粉末における複合組織（ナノコンポジット組織）の一例を模式的に示す図である。

【図3】本発明の磁石粉末における複合組織（ナノコンポジット組織）の一例を模式的に示す図である。

【図4】磁石材料を製造する装置（急冷薄帯製造装置）の構成例を示す斜視図である。

【図5】図4に示す装置における溶湯の冷却ロールへの衝突部位付近の状態を示す断面側面図である。

【図6】不可逆減磁率を説明するための図（J-H図）である。

【図7】減磁曲線およびリコイル曲線を示すJ-H図である。

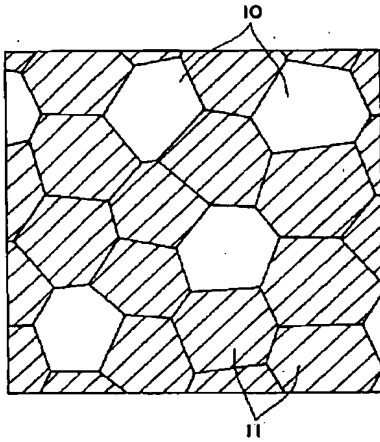
【符号の説明】

1	急冷薄帯製造装置
2	筒体
3	ノズル
4	コイル
5	冷却ロール
51	ロール基材
52	表面層
53	周面
6	溶湯
7	バドル
71	凝固界面
8	急冷薄帯
81	ロール面
9A	矢印
9B	矢印

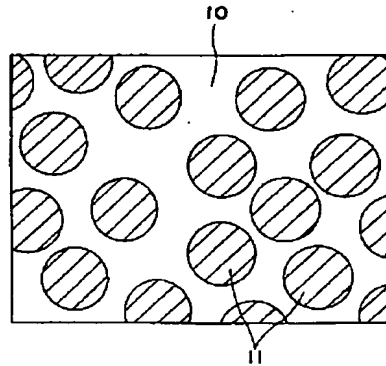
10          21  
ソフト磁性相

22  
\* \* 11          ハード磁性相

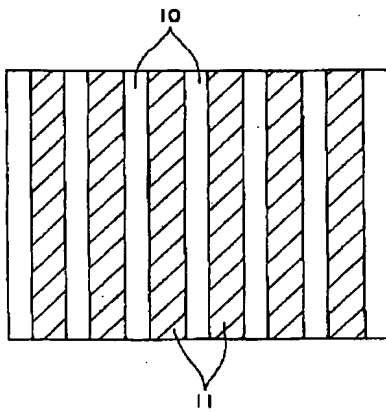
【図1】



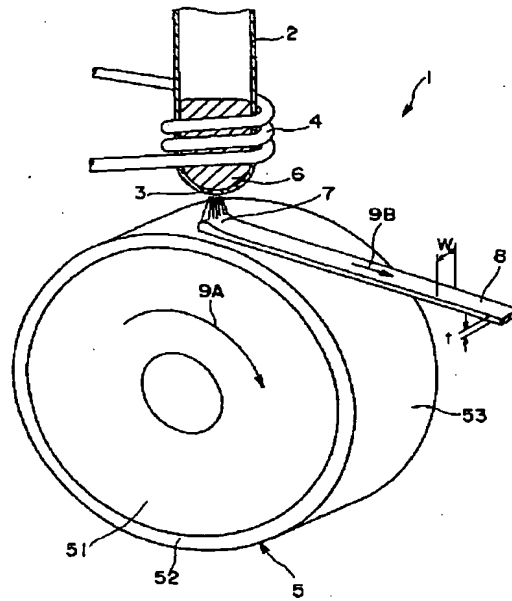
【図2】



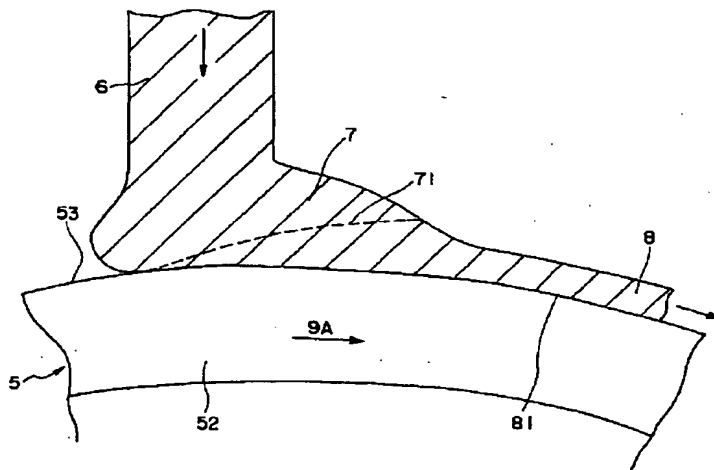
【図3】



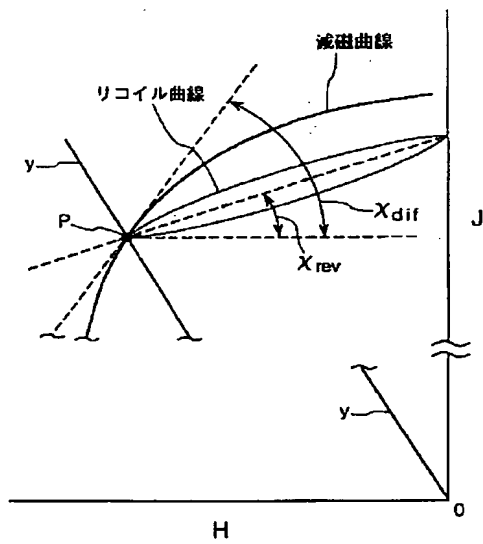
【図4】



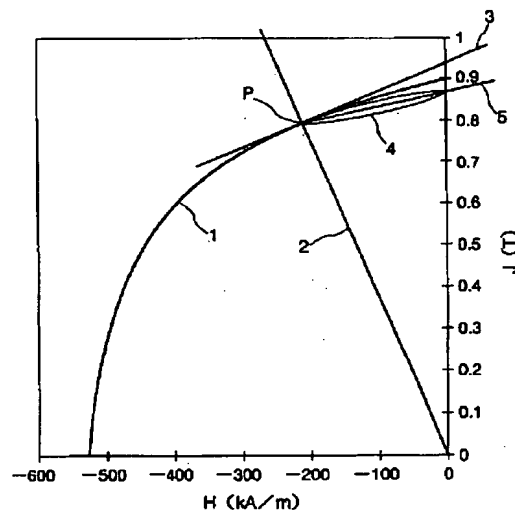
【図5】



【図6】



【図7】



- No.1 : 減磁曲線  
 No.2 :  $(J/H)$ の傾きが $-3.8 \times 10^{-6}$ ヘンリー/mの直線  
 No.3 : 交点Pにおける接線  
 No.4 : リコイル曲線  
 No.5 : リコイル曲線の傾きを表す直線

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**